



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2006122393/28, 22.06.2006

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
22.06.2006

(45) Опубликовано: 20.01.2008 Бюл. № 2

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: БУДЫЛИН Б.В., ВОРОБЬЕВ А.А.
Действие излучения на ионные структуры. - М.:
Госатомиздат, 1962. RU 2269802 C1,
10.02.2006. RU 2033571, 20.04.1995. US
4730896 A, 15.03.1988.

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, ГОУ ВПО "УГТУ-УПИ",
Центр интеллектуальной собственности

(72) Автор(ы):

Шульгин Борис Владимирович (RU),
Черепанов Александр Николаевич (RU),
Иванов Владимир Юрьевич (RU),
Анипко Алла Владимировна (RU),
Райков Дмитрий Вячеславович (RU),
Ищенко Алексей Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

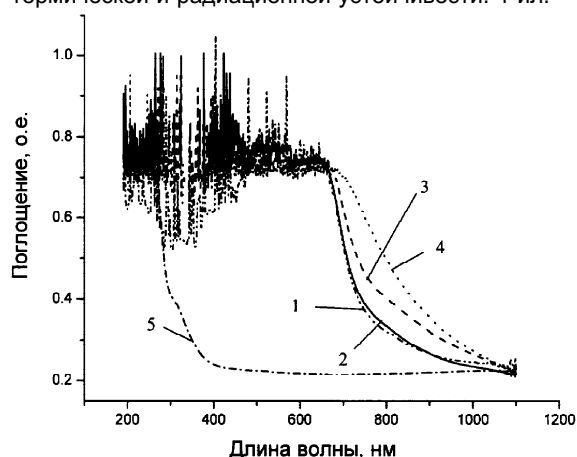
Государственное общеобразовательное
учреждение высшего профессионального
образования "Уральский государственный
технический университет-(УПИ)" (RU)

(54) СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ИНФРАКРАСНОГО СВЕТОФИЛЬТРА

(57) Реферат:

Изобретение относится к области светотехники и интегральной оптики, связанной с созданием инфракрасных светофильтров отрезающего и полосового типа, поглощающих видимое излучение и пропускающих коротковолновое и длинноволновое ближнее инфракрасное излучение и предназначенных для защиты инфракрасных датчиков видеоконтрольных устройств и приборов ночного видения от паразитных помех, связанных с воздействием света видимого диапазона, а также для использования в оптических системах контроля подлинности документов, в системах охранной и пожарной сигнализации, в том числе в системах контроля и разграничения доступа и охраны периметра объектов, в видеодомофонах, видеоглазках и подобных устройствах. Суть изобретения заключается в том, что в качестве материала для ИК-светофильтра используют предварительно активированные кристаллы LiF:U и облучают их нейтронами до флюенса $1,2 \cdot 10^{16} \div 3 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$. Облученные кристаллы

выдерживают на воздухе при комнатной температуре в течение 10-12 месяцев, а затем подвергают их отжигу на воздухе при температуре 200-300°C в течение 0,5-1,5 часов. Технический результат: обеспечение сплошного поглощения света в видимом диапазоне и повышение термической и радиационной устойчивости. 1 ил.





FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2006122393/28, 22.06.2006**

(24) Effective date for property rights: **22.06.2006**

(45) Date of publication: **20.01.2008 Bull. 2**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, GOU VPO "UGTU-UPI",
Tsentr intellektual'noj sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Shul'gin Boris Vladimirovich (RU),
Cherepanov Aleksandr Nikolaevich (RU),
Ivanov Vladimir Jur'evich (RU),
Anipko Alla Vladimirovna (RU),
Rajkov Dmitrij Vjacheslavovich (RU),
Ishchenko Aleksej Vladimirovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obshcheobrazovatel'noe
uchrezhdenie vysshego professional'nogo
obrazovaniya "Ural'skij gosudarstvennyj
tekhnicheskij universitet-(UPI)" (RU)**

(54) **METHOD OF MANUFACTURING INFRARED LIGHT FILTER**

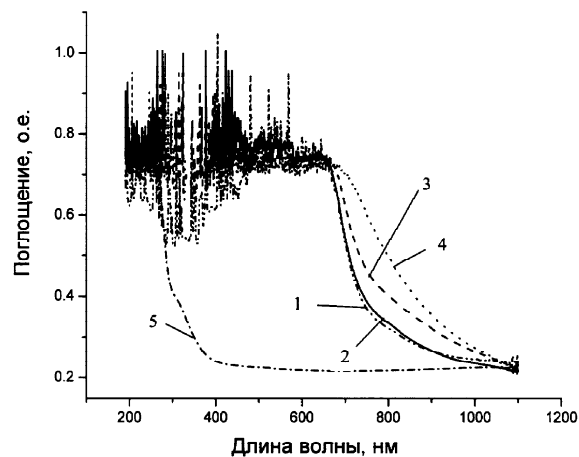
(57) Abstract:

FIELD: light engineering.

SUBSTANCE: method comprises using activated LiF:U crystals as a material for the infrared filter and irradiating the crystals by neutrons. The irradiated crystals are exposed to air at a room temperature for 10-12 months and then are roasted in air at a temperature of 200-300°C for 0.5-1.5 hours.

EFFECT: enhanced thermal and radiation stability.

1 dwg



Изобретение относится к области светотехники и интегральной оптики, связанной с созданием инфракрасных светофильтров отрезающего и полосового типа, поглощающих видимое излучение и пропускающих коротковолновое и длинноволновое ближнее инфракрасное излучение и предназначенных для защиты инфракрасных датчиков

5 видеоконтрольных устройств и приборов ночного видения от паразитных помех, связанных с воздействием света видимого диапазона, а также для использования в оптических системах контроля подлинности документов, в системах охранной и пожарной сигнализации, в том числе в системах контроля и разграничения доступа и охраны периметра объектов, в видеодомофонах, видеоглазках и тому подобных устройствах.

10 Известен способ изготовления ИК-светофильтра (патент США №2579513, кл. F21V 9/04, 1970), заключающийся во введении органических красителей в резину и нанесении резинового покрытия с органическими красителями на стеклянную подложку. Недостатком ИК-светофильтров, полученных известным способом, является их низкая термическая устойчивость (из-за базового покрытия на основе резины), а также повышенные потери

15 полезного длинноволнового излучения ближнего (в области 3-12 мкм) ИК-диапазона, являющегося частью активного рабочего ИК-диапазона видеоконтрольных устройств.

Известен способ получения ИК-светофильтров на основе полистирола или полиметилметакрилата (Лаборатория физики полимеров Санкт-Петербургского технологического института (технического университета), интернет-сайт

20 www.erohv.newmail.ru) в виде пластин окрашенных органических стекол с глянцевыми (полированными) или шероховатыми (матовыми) поверхностями путем заливки в соответствующие формы оптически прозрачных эпоксидных композиций с внедренными органическими красителями и последующего отверждения с границей пропускания 0,66-0,75 мкм. Однако получаемые по такому способу ИК-светофильтры имеют низкую

25 термическую устойчивость и большие потери полезного длинноволнового ИК-излучения в области 3-12 мкм, что снижает чувствительность видеоконтрольных ПК-устройств (в частности, на основе кремния) в активной части их рабочего ИК-диапазона.

Известен способ изготовления инфракрасного светофильтра (патент РФ №2269802, опубл. 10.02.2006, бюл. №4, МПК G01T 1/00, 3/00, F21V 9/04) на основе фторидов

30 элементов I группы таблицы Менделеева (фторида натрия) с использованием корпускулярного излучения (циклотронных пучков ионов He^+) до доз (флюенса) $\sim 10^{16} \text{ см}^{-2}$. Однако получаемые известным способом фильтры из-за низкой проникающей способности ионных пучков имеют малую толщину активного слоя поглощения (несколько микрон), что снижает надежность эксплуатационных характеристик ИК-светофильтров при ударных

35 нагрузках из-за возможности скола фильтрующего слоя и полной деструкции ИК-светофильтра. Недостатком ИК-светофильтров, получаемых по известному способу, является также характерное для них частичное пропускание света видимого диапазона, поскольку для них характерно поглощение света видимого диапазона в виде отдельных полос с максимумами при 310 нм (F полос центров окраски), при 442 и 518 нм (F_2 и F_3^+

40 полос), так что сплошного поглощения света видимого диапазона не происходит.

Известен способ окрашивания кристаллов фторида лития LiF путем их облучения нейтронами до высоких флюенсов $\sim 10^{16}$ - 10^{19} см^{-2} в ядерном реакторе (Б.В.Будылин, А.А.Воробьев. Действие излучения на ионные структуры. М.: Госатомиздат. 1962, 168 с.). Установлена зависимость изменения плотности кристаллов LiF от флюенса облучения

45 нейтронами. При флюенсе 10^{16} см^{-2} плотность меняется незначительно, всего на 0,4%, при флюенсе 10^{17} см^{-2} на 1,5%, а при флюенсах $6 \cdot 10^{17}$ - 10^{18} см^{-2} плотность изменялась на 23%. Эти сведения известны для неактивированных образцов LiF. Однако способ облучения активированных образцов LiF, в частности таких как LiF:U, и влияние

50 облучения на радиационную чувствительность и возможность изготовления светофильтров путем облучения нейтронами активированных примесями кристаллов LiF в известной работе не описаны.

Наиболее близким к заявляемому является известный способ получения ИК-

светофильтров на основе кристаллов LiF путем окрашивания кристаллов LiF реакторным нейтронным излучением (К.К.Шварц, Я.Ж.Кристасон, Д.Ю.Лусис, А.В.Подинь. Фтористый литий: оптические свойства и применение в термолюминесцентной дозиметрии. В сб. Радиационная физика V. Люминесценция и дефекты ионных кристаллов. Зинатне. Рига.

1967. С.179-235). Под действием реакторного излучения в кристаллах LiF образуются простые и агрегатные центры окраски при флюенсах $\sim 10^{16}$ см⁻² и выше. Окрашенные нейтронами кристаллы LiF, согласно известному источнику, имеют серию полос поглощения с максимумами при 275, 518, 530, 540, 780 и 950 нм. В известной работе установлено, что чистые неактивированные кристаллы LiF являются достаточно устойчивыми к нейтронной радиации, в том смысле, что действие реакторного излучения (флюенс 10^{16} - 10^{17} см⁻²) на кристаллы LiF приводит лишь к образованию отдельных полос поглощения в видимой области спектра, а не к сплошному поглощению во всем видимом диапазоне. Однако сведения об облучении нейтронами кристаллов фторида лития, предварительно активированных ураном (LiF:U), в известной работе отсутствуют; о влиянии урановой примеси на радиационную чувствительность кристаллов и о возможности получения ИК-светофильтров на основе LiF:U в известной работе сведений также нет.

Задачей настоящего изобретения является разработка способа изготовления инфракрасного светофильтра на основе кристаллов фторида лития с повышенной термической устойчивостью и повышенного оптического качества, обладающего сплошным спектром поглощения в видимой области спектра.

Сущность предлагаемого способа изготовления инфракрасного светофильтра на основе кристаллов LiF с использованием эффекта радиационного окрашивания при облучении реакторными нейтронами заключается в том, что в качестве основы светофильтра используют предварительно активированные кристаллы LiF:U, которые вначале облучают в реакторе нейтронами до флюенса $1,2 \cdot 10^{16}$ - $3 \cdot 10^{16}$ см⁻², затем выдерживают облученные кристаллы LiF:U на воздухе при комнатной температуре в течение 10-12 месяцев для снятия остаточной радиоактивности, после чего кристаллы LiF:U отжигают на воздухе при 250-300°C в течение 0,5-1,5 часов.

Под действием нейтронов при флюенсах $(1,2 \div 3) \cdot 10^{16}$ см⁻² во всем объеме облученного кристалла LiF:U (толщиной 0,8-1 мм и более) образуется большое количество дефектов, представляющих собой прежде всего дефекты Френкеля (анионные V_a и катионные V_c вакансии и междоузельные атомы), а также дефекты в виде электронных и дырочных центров окраски, в частности центры окраски типа $O^{\cdot\cdot}V_a$ (кислород-вакансия), простые F-центры и агрегатные F_2 , F_3^+ , $F_3(R_1)$, $F_3(R_2)$ - центры и, наконец, коллоидальные частицы лития, различных размеров. Образование таких дефектов, являющихся центрами окраски в сочетании с дефектами в виде коллоидального лития, делает кристаллы LiF:U непрозрачными для ультрафиолетового и видимого света в диапазоне 190-700 нм, чертеж, кривая 1 (измерение проведено с помощью спектрофотометра фирмы Гелиос-Альфа). Процедура отжига (0,5-1,5 часа) при температурах 100, 200 и 300°C (чертеж, кривые 2, 3 и 4 соответственно) приводит к образованию за счет агрегатных центров еще более сложных агрегатных центров, что вызывает сдвиг края поглощения с 700 до 800 нм (чертеж). Отжиг кристаллов LiF:U при более высоких температурах 460-500°C приводит к просветлению и обесцвечиванию кристаллов (чертеж, кривая 5). Наблюдаемое формирование повышенной концентрации дефектов зависит от наличия в кристаллах LiF примеси урана, который обеспечивает повышенную радиационную чувствительность материала-заготовки для светофильтра ИК-диапазона. Кристаллы LiF с другими, отличными от урана примесями, например с примесью скандия, LiF:Sc, будучи облученными нейтронами в реакторе не обеспечивают сплошного поглощения в диапазоне 190-750 нм (последнее характерно для кристаллов LiF:U), даже при флюенсе $3 \cdot 10^{16}$ см⁻². Поглощение для кристаллов LiF:Sc наблюдается в виде перекрывающихся полос, что снижает качество светофильтров.

Предлагаемый способ изготовления инфракрасных светофильтров обеспечивает расширение зоны поглощения кристаллов (в диапазоне 190-800 нм) и их термоустойчивость до температур 200-300°C. Кроме вышеназванных преимуществ предлагаемый способ обеспечивает еще ряд дополнительных преимуществ. Получаемые по предлагаемому способу ИК-светофильтры негигроскопичны и химически инертны. Кроме того, они обладают повышенной радиационной стойкостью к нейтронам, поскольку именно нейтроны являются необходимым условием для окрашивания кристаллов LiF:U, именно они обеспечивают их функциональные рабочие характеристики полного поглощения светового излучения во всем видимом диапазоне. ИК-светофильтры на основе кристаллов LiF:U, полученные по предлагаемому способу, устойчивы к радиационным ударам и долговременным радиационным воздействиям не только нейтронных потоков, но и к воздействию фотонных (гамма-излучения), электронных и ионных пучков до флюенса 10^{17} см⁻² и выше, поскольку последние могут только увеличить в приповерхностных слоях (ионные пучки) и в объеме (фотонные и электронные пучки) концентрацию агрегатных центров окраски, то есть усилить (путем дополнительного окрашивания) эффект фильтрации.

Дополнительным преимуществом предлагаемого изобретения является возможность выполнения получаемыми ИК-светофильтрами не только функции фильтрации видимого света, но и функции линза-фильтр для ИК-излучения. Последнее достигается, если кристалл фторида лития LiF:U изготавливают изначально в форме линзы.

Примеры осуществления способа

Во всех приведенных ниже примерах после процедуры облучения (окрашивания) кристаллов LiF:U нейтронами в ядерном реакторе кристаллы подвергают выдержке на воздухе в течение 10-12 месяцев для полного снятия радиоактивности, после чего приступают к процедуре отжига кристаллов.

Пример 1. Светофильтр на основе кристалла LiF:U получают путем облучения этих кристаллов нейтронами в ядерном реакторе до флюенса $1,1 \cdot 10^{16}$ см⁻². Спектр поглощения светофильтра в диапазоне 190-1100 нм (измеренный до процедуры отжига) показан на чертеже, кривая 1. Отжиг при температуре 200°C в течение 1,0 часа приводит к тому, что интенсивное поглощение света начинает происходить в расширенном (в ИК-область) диапазоне, чертеж, кривая 2; вплоть до 0,8 мкм, далее, начиная с 0,8 мкм, поглощение вплоть до 10 мкм отсутствует.

Пример 2. Светофильтр на основе кристалла LiF:U получают путем облучения этих кристаллов нейтронами в ядерном реакторе до флюенса $1,2 \cdot 10^{16}$ см⁻². Спектр поглощения светофильтра в диапазоне 190-1100 нм до процедуры отжига показан на чертеже, кривая 1. Отжиг при температуре 300°C в течение 0,5 часа приводит к тому, что интенсивное поглощение света начинает происходить в расширенном (в ИК-область) диапазоне, чертеж, кривая 4; начиная с 0,8 мкм, поглощение вплоть до 10 мкм отсутствует.

Пример 3. Светофильтр на основе кристалла LiF:U получают путем облучения этих кристаллов нейтронами в ядерном реакторе до флюенса $3 \cdot 10^{16}$ см⁻². Спектр поглощения светофильтра в диапазоне 190-1100 нм до процедуры отжига показан на чертеже, кривая 1. Отжиг при температуре 250°C в течение 1,5 часа приводит к тому, что интенсивное поглощение света начинает происходить в расширенном (в ИК-область) диапазоне, чертеж, кривая 3; начиная с 0,8 мкм, поглощение вплоть до 10 мкм отсутствует. Свет, соответствующий спектру солнца и спектру дневного неба, практически полностью поглощается в светофильтре.

Пример 4. Светофильтр на основе кристалла LiF:U получают путем облучения этих кристаллов нейтронами в ядерном реакторе до флюенса 10^{14} см⁻². В спектре поглощения светофильтра в диапазоне 190-1100 нм имеется слабое поглощение излучения в диапазоне 190-700 нм, в виде отдельных полос, в основном в виде F полосы при 242 нм, наблюдаются также полосы поглощения агрегатных центров. Однако поглощение слабое, так что функции фильтрации видимого света не выполняются. Отжиг при температуре

500°C в течение 2,0 часа приводит к полному обесцвечиванию кристаллов LiF:U.

Пример 5. Светофильтр на основе кристалла LiF:U получают путем облучения до флюенса $5,1 \cdot 10 \text{ см}^{-2}$ с последующим отжигом при 300°C в течение 1 часа. Светофильтр прозрачен для ИК-излучения в диапазоне длин волн 0,8-12 мкм, в области длин 190-750 нм происходит практически полное поглощение излучения. Коэффициент поглощения не ниже $5 \cdot 10^5 - 10^6 \text{ см}^{-1}$. Излучение, соответствующее спектру солнца и спектру дневного неба, практически полностью поглощается. Однако преимуществ перед примерами 1-3 этот пример не имеет. Связано это с тем, что возрастает время облучения, что ведет к некоторому удорожанию изготовления светофильтров. Недостатком высокого 10^{18} см^{-2} (и выше) флюенса является снижение прочности кристалла, возможно самопроизвольное раскалывание кристалла на слои или кусочки. Кроме того, повышенный флюенс требует повышенного времени остывания кристалла для снижения радиоактивности до фонового уровня.

Формула изобретения

Способ изготовления инфракрасного светофильтра на основе кристаллов фторида лития, включающий их облучение нейтронами в ядерном реакторе до высоких флюенсов, отличающийся тем, что в качестве материала для ИК светофильтра используют предварительно активированные кристаллы LiF:U и облучают их нейтронами до флюенса $1,2 \cdot 10^{16} \div 3 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$, после облучения выдерживают их на воздухе при комнатной температуре в течение 10-12 месяцев, а затем подвергают их отжигу на воздухе при температуре 200-300°C в течение 0,5-1,5 ч.



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ИЗВЕЩЕНИЯ К ПАТЕНТУ НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

ММ4А - Досрочное прекращение действия патента СССР или патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

(21) Регистрационный номер заявки: 2006122393

Дата прекращения действия патента: 23.06.2008

Извещение опубликовано: 27.03.2010 БИ: 09/2010

RU 2 315 231 C 1

RU 2 315 231 C 1